

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-053030

(43)Date of publication of application : 25.02.1997

(51)Int.Cl.

C09D 5/24

B32B 9/00

C03C 17/10

(21)Application number : 07-206346

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT CO
LTD

(22)Date of filing : 11.08.1995

(72)Inventor : KINOSHITA NOBORU
NAKABEPPU TETSUYA

(54) CLEAR CONDUCTIVE COATING MATERIAL AND CLEAR CONDUCTIVE FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a clear conductive coating compsn. which gives a film having high clarity and conductivity and improved antistatic, electromagnetic shielding, and infrared-screening properties by compounding a metal colloid and fine inorg. particles, each having specified average particle size, into the compsn.

SOLUTION: This coating material is prepd. by dispersing 10wt.% (based on the solid content of the compsn.) or higher silver colloid liq. obtd. by a well-known method (e.g. one obtd. by adding a silver nitrate soln. to a ferrous sulfate soln. contg. sodium citrate) and having an average particle size of 0.05 μ m or lower, about 4wt.% (based on the solid content of the compsn.) or higher fine inorg. particles comprising an oxide (e.g. indium oxide or tin oxide) transparent in the wavelength region of visible light and having an average particle size of 0.1 μ m or lower, and necessary amts. of a binder component, colorants, etc., in a vehicle of a clear coating material (e.g. a soln. based on butyl cellosolve, isopropyl alcohol, water, etc.) with a usually used dispersing machine. This film is prepd. by applying the compsn. to a clear substrate in a dry thickness of 1 μ m or lower followed by drying at from room temp. to 200° C.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 13.02.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 11.04.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-53030

(43) 公開日 平成9年(1997)2月25日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 5/24	P Q W		C 0 9 D 5/24	P Q W
B 3 2 B 9/00			B 3 2 B 9/00	A
C 0 3 C 17/10			C 0 3 C 17/10	

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平7-206346	(71) 出願人	000183266 住友大阪セメント株式会社 東京都千代田区神田美土代町1番地
(22) 出願日	平成7年(1995)8月11日	(72) 発明者	木下 暢 千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社中央研究所内
		(72) 発明者	中別府 哲也 千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社中央研究所内
		(74) 代理人	弁理士 土橋 皓

(54) 【発明の名称】 透明導電塗料及び透明導電膜

(57) 【要約】

【課題】 静電気帯電防止および／または電磁波漏洩防止を必要とする透明基材表面の塗装に有用な、および建材あるいは自動車等に用いられる赤外線遮蔽に有用な透明導電塗料および透明導電膜に関し、安価に製造可能で、かつ高い導電性を有し、静電気帯電防止、電磁波遮蔽性および赤外線遮蔽性に優れたものを得ることを課題とする。

【解決手段】 平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以下の金属微粒子、特に銀微粒子を少なくとも均一に分散するように構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以下の金属コロイドを少なくとも含有させたことを特徴とする透明導電塗料。

【請求項2】可視光の波長領域に透明性を有する粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以下の無機微粒子を添加したことを特徴とする請求項1記載の透明導電塗料。

【請求項3】前記金属コロイドには銀コロイドを用いたことを特徴とする請求項1または2記載の透明導電塗料。

【請求項4】請求項1～3記載の透明導電塗料を透明基材上に塗布して導電膜を形成したことを特徴とする透明導電膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、透明導電塗料及びこれを用いて得られる透明導電膜に関する。くわしくは、ディスプレイ装置の表示面、その表面カバー材料、窓ガラス、陰極線管の表示面、液晶表示装置の表示面等のように静電気帯電防止および／または電磁波漏洩防止を必要とする透明基材表面の塗装に有用な、および建材あるいは自動車等に用いられる赤外線遮蔽に有用な透明導電塗料および透明導電膜に関する。

【0002】

【従来の技術】一般にガラスやプラスチックのような誘電率の大きい透明基材は、静電気が帯電しやすいことが知られている。したがって、前記透明基材を使用した画像装置の表示面や窓ガラス表示面では、この静電気によってゴミ・ほこり等が付着し、表示画像の質や透明感を低下させるなどの問題点が知られている。また、最近では、各種電気製品などから発生する電磁波が人体に悪影響を及ぼしたり、周辺の電気・電子機器の誤動作の原因になることがわかってきている。従って、これら電磁波の漏電防止や遮蔽する必要性も高まってきている。このような問題点を解決するために、透明基材表面に透明導電膜をコーティングにより形成させる方法が知られており、多くの透明導電膜形成塗料が検討されている。

【0003】たとえば、有機インジウム化合物を用いた塗料（特開昭52-1497）、インジウム塩やスズ塩を水あるいは有機溶剤に溶解させた塗料（特開昭63-64012、55-51737、58-82407、57-36714、60-220507）が提案されている。これらの塗料は透明導電膜を形成するために、透明基材に塗布したのち 350°C 以上の高温の熱処理が必要であった。そのために、使用できる基材の材質や工程上の制約があった。

【0004】また、酸化スズあるいは酸化インジウム等の透明導電性酸化物微粒子やコロイドをポリマー溶液中やバインダー樹脂と溶媒中に分散させた透明導電塗料も提案されている。（特公昭35-6616、特開昭57-85866、58-91777、62-27870

5）。しかし、上記提案の透明導電性塗料では、比較的低温で透明導電性膜を形成することが可能であるものの、得られる透明導電性膜の導電性が悪いために、使用される用途において帯電防止のみ目的とする用途に限定されるものであった。

【0005】この他、感光性樹脂中に還元金属コロイド粒子を分散させた感光性樹脂組成物を基材に塗布するもの（特開平4-23484）、誘電体グリーンシート上にスクリーン印刷法によって印刷する導電性ペースト（特開平4-196009）等があるが、これらは不透明性のものであって、透明性皮膜を得られないものであった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】前述のように、従来に提案されている塗料は、導電性を発現させるために 350°C 以上の高温の熱処理が必要であったり、また、比較的低温で導電性を出すことのできる透明導電性塗料では透明導電性膜の導電性が不十分であったり、あるいは不透明性材料である等の問題点を有していた。このため、プラスチックやガラスなどの透明基材において静電気帯電防止のみならず赤外線を含めた電磁波の漏洩を防止することのできる、導電性に優れ、かつ、低温で透明導電膜を形成可能な塗料の開発が強く望まれている。

【0007】本発明は、前記問題点を鑑みてなされたもので、安価に製造可能で、かつ高い導電性を有し、静電気帯電防止、電磁波遮蔽性、および赤外線遮蔽性に優れた透明導電塗料および透明導電膜を提供することを課題とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明において、前記課題を解決するために具体的に構成された請求項1記載の透明導電塗料は、平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以下の金属コロイドを少なくとも含有させたことを特徴とするものである。

【0009】また、請求項2記載の透明導電塗料は、可視光の波長領域に透明性を有する粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以下の無機微粒子を添加したことを特徴とする。

【0010】また、請求項3記載の透明導電塗料は、前記金属コロイドには銀コロイドを用いたことを特徴とする。

【0011】また、請求項4記載の透明導電膜は、請求項1～3記載の透明導電塗料を透明基材上に形成したことを特徴とするものである。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明者等は、鋭意研究の結果、前記課題の解決には、透明塗料に金、銀、銅、ニッケル等の金属コロイド、特に銀コロイドを少なくとも含有させることが効果的であり、これによって透明導電塗料が得られ、そして、この透明導電塗料を透明基材上に塗布して皮膜を形成させることによって透明導電膜が得られ

ることを見出した。また、この透明導電塗料に可視光の波長領域（400～700 nm）で透明性を有し、粒径が0.1μm以下の無機微粒子を添加することにより、高い導電性を有して静電気の帯電を防止できるばかりか、人体に有害な電磁波を遮蔽するとともに熱線である赤外線をも遮蔽することができる透明度の高い導電性塗料が得られることを見出した。

【0013】以下、銀コロイド含有塗料を用いる場合に付き具体的に説明する。銀コロイドの調整方法については、格別の制限はなく、硝酸銀を硫酸第1鉄のような還元剤で還元する方法などの周知の技術によって調整した銀コロイドを使用することが可能である。

【0014】ただし、銀コロイドの粒径およびその膜中の配合量については、透明性および導電性の観点から、銀コロイドの粒径は0.05μm以下、透明導電膜中の配合量は重量比で10%以上とする。この銀コロイドの粒径が0.05μmを越えると、銀コロイドによる吸収が大きくなりすぎるために、実用的な透明性を有する透明導電膜が得られなくなる。また、銀コロイドの膜中の配合量が透明導電膜中に10重量%より少ない場合には銀コロイドを添加することによる導電性の向上はみられない等の問題点がある。

【0015】透明導電塗料としては、たとえば、銀コロイドに、可視光の波長領域で透明な材料として、珪素、アルミニウム、ジルコニウム、セリウム、チタン、イットリウム、亜鉛、マグネシウム、インジウム、錫、アンチモン、ガリウム等より選ばれる酸化物や窒化物、特に、インジウム、錫等を主成分とする酸化物、複合酸化物、あるいは窒化物を含む透明導電性微粒子を添加した塗料を用いる。

【0016】無機微粒子の粒径は、透明導電性膜の導電性を確保するために、0.1μm以下とする必要がある。すなわち、透明導電性膜の静電気帯電防止性能に加えて電磁波漏洩防止性能を発揮させるために必要な導電性能は、電磁波遮蔽効果と導電膜の体積固有抵抗の関係式で一般に、

【0017】

【数1】

$$S(\text{dB}) = 50 + 10 \log(1/\rho f) + 1.7t\sqrt{f\rho} \quad \dots (1)$$

ここで S (dB) ; 電磁波遮蔽効果

ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$) ; 導電膜の体積固有抵抗

f (MHz) ; 電磁波周波数

t (cm) ; 導電膜の膜厚

で表現される。本発明の透明導電性塗料で透明導電性膜を作成する場合の膜厚は、透過率の観点から1μm ($1 \times 10^{-4} \text{cm}$) 程度以下とすることが好ましいので (1) 式は

【0018】

【数2】

$$S(\text{dB}) = 50 + 10 \log(1/\rho f) \quad \dots (2)$$

となる。Sは値が大きいほど、電磁波遮蔽効果が大きくなり、 $S > 30 \text{ dB}$ のときに、電磁波遮蔽効果があるとみなされる。

【0019】また、規制対象となる電磁波の周波数は10 KHz～1000 MHzの範囲が一般的であるので、透明導電膜の導電性としては、 $10^{-1} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の体積固有抵抗が必要である。すなわち、透明導電膜の体積固有抵抗値は、より低い方が、より広範な周波数の電磁波を有効に遮蔽することが可能となる。

10 【0020】本発明における銀コロイドの配合割合を重量比率で10%以上とすることで、透明導電性膜の体積固有抵抗を満足することができるため、本発明の透明導電性塗料を用いることにより、静電気帯電防止効果に加えて電磁波漏洩防止効果あるいは赤外線遮蔽効果に優れた透明導電膜を形成することが可能になる。

【0021】前記の透明導電性塗料に可視光の波長領域（400～700 nm）で透明性を有し、粒径が0.1μm以下の無機微粒子を添加することにより、透明性の高い導電性塗料が得られる。この場合に、銀コロイドと無機微粒子との配合比については、透明導電性膜に要求される透過率と導電性を考慮した配合が必要である。通常は、透明導電膜中の重量配合比で、

$$\text{Ag} : \text{無機酸化物} = 70 : 30 \sim 10 : 90$$

が実用的な範囲である。

【0022】上述したように、本発明の透明導電塗料により形成される透明導電膜の透明性は、粒径が0.05μm以下の極めて微細な銀コロイドに加えて可視光に透明な粒径0.1μm以下の無機微粒子を添加することによって効果的に向上させることができ、導電性については、

30 銀コロイドを透明導電膜中に重量比で10重量%以上配合することにより効果的に有効な導電性を達成できる。

【0023】強度を向上させるためにバインダー成分を添加することも可能である。バインダー成分としては、ポリエステル樹脂、アクリル樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、ブチラール樹脂、紫外線硬化樹脂、などの有機樹脂や、珪素、チタン、ジルコニウム等の金属アルコキシドの加水分解物や、シリコンモノマー、シリコンオリゴマー等の無機系バインダーを使用することが可能である。

40 【0024】ただし、非水溶性のバインダーを使用する場合には、銀コロイドをシリコンカップリング剤、チタネートカップリング剤等のカップリング剤や、カルボン酸塩、ポリカルボン酸塩、リン酸エステル塩、スルホン酸塩、ポリスルホン酸塩等の親油化表面处理剤で、あらかじめ親油化の表面处理を施された銀コロイドを使用する必要がある。

【0025】また、膜の強度を向上させる方法として、前記樹脂や無機バインダーによるオーバーコート層を本発明の透明導電膜上に形成することも有効な手段である。オーバーコート層を有する多層膜を形成する場合に

は、透明導電膜の上に低屈折率膜を形成させることが好ましい。この低屈折率膜を構成する物質としては、膜強度の点及び屈折率の制御の点から、

M(OR)、R、

ここに $[M = Si, Ti, Zr, \dots] \quad m+n=4,$
 $m=1\sim 4]$

$[R = C_1 \sim C_n, \text{のアルキル基}] \quad n=1\sim 3]$

で示される化合物あるいは部分加水分解物の単独や混合物を用いることが好ましい。

【0026】このように、本発明の塗料ではバインダー成分を加えなくても溶媒成分の蒸発乾燥程度の熱処理で膜形成可能であり、また、膜の強度を増すために、電子線硬化型、熱硬化型等の各種バインダー成分を添加することが可能なために、室温 $\sim 200^\circ\text{C}$ 程度の低い温度で導電性に優れた透明導電性膜を形成することが可能になる。また、透明導電性膜の透過色の調整のために、各種色料を添加することも可能である。

【0027】本発明の透明導電性塗料の製造方法においても、特に限定された方法があるわけではないが、銀コロイドと無機微粒子を混合した液を、目的に応じて、バインダー成分や各種色料を添加し、超音波分散機やサンドミル等の通常の分散機を用いて分散塗料化することが可能である。

【0028】本発明の透明導電膜は、前記透明導電塗料を用いて、ガラスやプラスチック等の透明な基材上に塗布することにより容易に透明導電膜を形成できる。塗布方法としては、スピンコート法、ロールコート法、スプレー法、バーコート法、ディップ法、メニスカスコート法など通常の成膜方法が使用可能である。透明導電膜の膜厚は、透明性を確保するために、 $1\mu\text{m}$ 程度以下とするのが好ましく、塗料配合や塗布条件は、所望とする導電性と透明性を適宜考慮して設計するのが好ましい。透明導電膜の透明性は、極めて微細な銀コロイド粒子と、これに加えて可視光に透明な微粒子を添加併用することによって、効果的に向上させることができるようになる。

【0029】

【実施例】以下、実施例を説明する。

① 銀コロイドの調整

〔微小粒径銀コロイドの調整（銀コロイドA）〕クエン酸ナトリウム2水和物 14 g、硫酸第1鉄 7.5 gを溶解させた溶液 60 gを 5°C に保持した状態で、硝酸銀 2.5 gを溶解させた溶液 25 gを加えて銀コロイドを生成させた。得られた銀コロイドを遠心分離により水洗を行い不純物を除去した後 52.5 gの純水を加えて塗料用の銀コロイドを調整した。得られた銀コロイドの粒径は、 $0.005\sim 0.03\mu\text{m}$ であった。

【0030】〔粗粒径銀コロイドの調整（銀コロイドB）〕クエン酸ナトリウム2水和物 14 g、硫酸第1鉄

7.5 gを溶解させた溶液 60 gを 50°C に保持した状態で、硝酸銀 2.5 gを溶解させた溶液 25 gを加えて銀コロイドを生成させた。得られた銀コロイドを遠心分離により水洗を行い不純物を除去した後 52.5 gの純水を加えて塗料用の銀コロイドを調整した。得られた銀コロイドの粒径は、 $0.05\sim 0.08\mu\text{m}$ であった。

【0031】〔オーバーコート液の調整〕

（A液）0.8 g テトラエトキシシランと、0.8 gの 0.1 N塩酸と、98.4 gのエチルアルコールとを混合して均一な溶液とした。

（B液）0.8 g チタニウムイソブトキシドと 0.8 gの 0.1 N塩酸と、98.4 gのエチルアルコールとを混合して均一な溶液とした。こうして得られたA液とB液とを混合してオーバーコート液を調整した。

【0032】② 膜評価方法

・表面抵抗値：三菱油化株式会社製 ロレスタAP（4端針法）

・ヘーズ：東京電色株式会社製 Automatic Haze Meter H III DP

・透過率：日本分光株式会社製 U-Best 50（測定波長 550 nm）

・反射率：日本分光株式会社製（入射角 5度の正反射、測定波長 550 nm）

・膜厚：DEKTA K（接触指針型膜厚計）

【0033】〔実施例1〕

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液 6.7 g

アンチモンドープ酸化錫微粉末 1.8 g

（住友大阪セメント社製 粒径 $0.01\mu\text{m}$ ）

純水 71.5 g

IPA 10.0 g

ブチルセロソルブ 10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150 rpm \sim 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続き、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150 rpm \sim 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により 150°C で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0034】〔実施例2〕

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液 16.7 g

アンチモンドープ酸化錫微粉末 1.5 g

（住友大阪セメント社製 粒径 $0.01\mu\text{m}$ ）

純水 61.8 g

IPA 10.0 g

ブチルセロソルブ 10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0035】（実施例3）

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	26.7 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末	1.2 g
（住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm）	
純水	52.1 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0036】（実施例4）

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	33.3 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末	1.0 g
（住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm）	
純水	45.7 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0037】（実施例5）

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	46.7 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末	0.6 g

（住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm）

純水	32.7 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0038】（実施例6）

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	16.7 g
錫ドープ酸化インジウム微粉末	1.5 g
（住友大阪セメント社製 粒径 0.02 μm）	
純水	61.8 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0039】（実施例7）

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	23.3 g
錫ドープ酸化インジウム微粉末	1.3 g
（住友大阪セメント社製 粒径 0.02 μm）	
純水	55.4 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器（セントラル科学貿易社製；ソニファイヤー450）で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0040】(実施例8)

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	6.7 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	1.8 g
純水	71.5 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 120rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0041】(実施例9)

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	6.7 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	1.8 g
純水	71.5 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 80rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0042】(比較例1)

〔透明導電塗料の調整〕

アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	2.0 g
純水	80.0 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm

- 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0043】(比較例2)

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	3.3 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	1.9 g
純水	74.8 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0044】(比較例3)

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドA液	53.3 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	0.4 g
純水	26.3 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm - 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により150℃で1時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表1に示した。

【0045】(比較例4)

〔透明導電塗料の調整〕

銀コロイドB液	16.7 g
アンチモンドープ酸化錫微粉末 (住友大阪セメント社製 粒径 0.01 μm)	1.5 g
純水	61.8 g
IPA	10.0 g
ブチルセロソルブ	10.0 g

を配合し、超音波分散器(セントラル科学貿易社製; ソニファイヤー450)で分散し、透明導電塗料を調整した。

〔成膜〕上記透明導電塗料をソーダライムガラス板上に、スピンコーターを用いて 150rpm・30 秒の条件で塗布してドライヤーで乾燥した後、引き続いて、前記オーバーコート液をスピンコーターを用いて 150rpm・

* 30 秒の条件で塗布し、乾燥器により 150℃で 1 時間焼き付けて透明導電膜を形成した。得られた膜の評価結果を表 1 に示した。

【表 1】

表 1 評価結果

	膜中の 銀量 (wt%)	無機 微粒子	銀コロイド	膜 厚 (nm)	体積固有抵抗 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	透過率 (%)	ヘーズ (%)
実施例 1	10	ATO	コロイド A	0.1	2×10^2	93	0.1
実施例 2	25	ATO	コロイド A	0.1	3×10^0	82	0.2
実施例 3	40	ATO	コロイド A	0.1	1×10^{-1}	70	0.2
実施例 4	50	ATO	コロイド A	0.1	4×10^{-2}	59	0.2
実施例 5	70	ATO	コロイド A	0.1	1×10^{-2}	47	0.4
実施例 6	25	ITO	コロイド A	0.1	4×10^{-1}	78	0.2
実施例 7	35	ITO	コロイド A	0.1	5×10^{-2}	69	0.3
実施例 8	10	ATO	コロイド A	0.4	2×10^2	81	0.3
実施例 9	10	ATO	コロイド A	0.8	1×10^2	66	0.5
比較例 1	0	ATO	—	0.1	4×10^4	99	0.1
比較例 2	5	ATO	コロイド A	0.1	8×10^3	96	0.1
比較例 3	80	ATO	コロイド A	0.1	1×10^{-2}	25	1.2
比較例 4	25	ATO	コロイド B	0.1	2×10^2	63	7.2

ATO : アンチモンドープ酸化スズ微粒子

ITO : スズドープ酸化インジウム微粒子

【0046】

〔発明の効果〕 以上のように、本発明における請求項 1 記載の透明導電塗料では、 $0.05 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有する金属コロイドを少なくとも含有させたことによって、塗料中に金属微粒子が均一に分散された状態にされ、このような塗料を塗布することによって塗布面上には均一に金属微粒子が塗布できるようになり、その金属微粒子を介して電気的特性が改善されるようになって、塗布面における静電気の帯電を防止するとともに規制対象となる周波数の電磁波を効果的に遮蔽することができ

て、人体に有害な電磁波の漏洩および熱線としての赤外線線の漏洩を防止することができ、従来に比較してきわめて安価な透明導電塗料を得ることができる。

【0047】 また、請求項 2 記載の透明導電塗料では、可視光の波長領域に透明性を有する粒径が $0.1 \mu\text{m}$ 以下の無機微粒子を添加したことにより、効果的に可視光線を透過させることができるとともに適当な色料を添加することにより透過色を容易に調整でき、透明度が高く色彩豊かにして、透明導電塗料の実用性を広げることができ

【0048】請求項3記載の透明導電塗料では、前記金属コロイドには銀コロイドを用いたことにより、塗料を製造容易で安価にすることができ、しかも効果的に静電気帯電防止、電磁波漏洩防止、および赤外線遮蔽ができる。

【0049】請求項4記載の透明導電膜では、請求項1～3記載の透明導電塗料を透明基材上に形成したことにより、静電気帯電防止、電磁波漏洩防止、および赤外線遮蔽ができる可視光透過率の高い導電性皮膜を得ることができる。